世界知的所有権機関 国 際 事 務

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分類7 C03C 27/06, 27/08, G09F 9/30

A1

(11) 国際公開番号

WO00/58234

(43) 国際公開日

2000年10月5日(05.10.00)

(21) 国際出願番号

PCT/JP00/01752

JP

(22) 国際出願日

2000年3月22日(22.03.00)

(30) 優先権データ

特願平11/82609

1999年3月25日(25.03.99)

特願平11/165366

1999年6月11日(11.06.99)

(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)

日本板硝子株式会社

(NIPPON SHEET GLASS CO., LTD.)[JP/JP]

〒541-0045 大阪府大阪市中央区道修町三丁目5番11号 Osaka, (JP)

(72) 発明者;および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

坂口浩一(SAKAGUCHI, Koichi)[JP/JP]

堂見新二郎(DOMI, Shinjiro)[JP/JP]

中垣茂樹(NAKAGAKI, Shigeki)[JP/JP]

〒541-0045 大阪府大阪市中央区道修町三丁目5番11号

日本板硝子株式会社内 Osaka, (JP)

菅沼克昭(SUGANUMA, Katsuaki)[JP/JP]

〒567-0047 大阪府茨木市美穂ケ丘8番1号

大阪大学産業科学研究所内 Osaka, (JP)

(74) 代理人

北村修一郎(KITAMURA, Shuichiro)

〒531-0072 大阪府大阪市北区豊崎五丁目8番1号 Osaka, (JP)

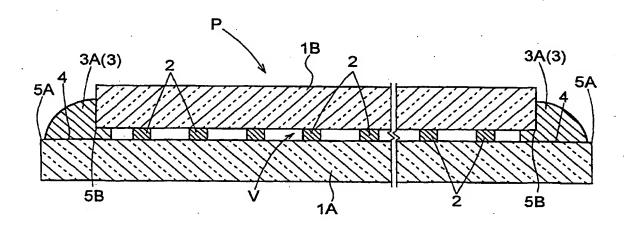
CA, CN, IP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)

添付公開書類

国際調査報告書

GLASS PANEL AND PRODUCTION METHOD THEREFOR (54) Title:

(54)発明の名称 ガラスパネルおよびその製造方法



A glass panel (P) characterized in that a pair of sheets of flat glass (1A, 1B) are disposed facing each other via a clearance (V), and the peripheral edges of the sheets (1A, 1B) are directly joined together with a single metal material (3) to air-tightly seal the clearance (V).

(57)要約

一対のガラス板(1A),(1B)を間隙部(V)を介して対向配置するとともに、前記両ガラス板(1A),(1B)の周縁部を単一の金属材料(3)で直接接合して前記間隙部(V)を気密に封止してあることを特徴とするガラスパネル(P)。

明 細 書

ガラスパネルおよびその製造方法

5 技術分野

本発明は、一対のガラス板の対向面の間に間隙部を形成し、その間隙部を両ガラス板の周縁部で気密に封止されたガラスパネル、および、当該ガラスパネルの 製造方法に関する。

10 背景技術

15

25

従来より、複層ガラスや周縁部を封止したガラスパネルにおいて、ガラス板間の間隙部の気密性を得るために、一対のガラス板の対向面の周縁部の全周に亘ってハンダのような金属材料を用いて接合し、密閉することが提案されている。しかし、通常、ガラス板が直接には溶解した金属材料と濡れない。このため、一対のガラス板の対向面の接合箇所に予めハンダと濡れの良いハンダ溶着用金属被膜を形成しておき、その金属被膜を介してハンダとガラス板とを接合する方法が採られている。このようなハンダ付け方法、およびそれを利用したガラス板の接合体の製造方法は従来より種々知られている。

例えば、特開昭53-145833号公報には、2枚あるいは2枚以上のガラ 20 ス質シートが銅被覆等の金属化端縁部でハンダ付けされた複合ガラス質体が開示 されている。

また、特開昭54-81324号公報には、囲いを形成する各成分を組み立て 気密封止する技術が開示してある。前記成分のうち少なくとも一つがガラスであ る。蒸着法等により予め金属化した接着部分を、ハンダにより接着する方法が開 示されている。

さらに、特公平1-58065号公報には、高気密ハンダ付け用多層膜として、ガラス等の母材表面にCuおよびNiCr膜等で構成された下地層、中間層、表面層からなる多層膜が開示されている。

また、ハンダ付けの方法としては、接合部分に金属被膜を形成したガラス基板

15

25

間に中間材として金属部材を挟み、これらガラス基板と金属部材との間をハンダで接着する方法や、金属被膜が形成されたガラス基板の周縁部に予めハンダをコートしておき、その基板同士を加熱、加圧することにより接着する方法も試みられてきた。いずれの場合もハンダは鉛を多量に含むものが用いられてきた。

しかし、従来技術において開示されている方法では、気密封止されたガラスパネルを再現性よく得ることは困難であった。すなわち、ガラス板の接合箇所に形成した金属被膜を介してハンダ付けして作製されたガラスパネルは、機械的な接合強度は十分に確保できるものの、気密性の点では不十分である。封止における異種材料界面が、ガラス板とハンダ間のみならず、ハンダと金属被膜、また金属被膜とガラス板との間に存在することとなるからである。この界面の存在は、気密封止にとって極めて不利となる。

また、実際の工程においては、接合時のハンダの溶解状態にばらつきが生じ易い。このため、下地ハンダ溶着用金属被膜が完全に溶解し、ハンダとガラス板の接合が不十分であったり、ハンダがガラス板を濡らす前に酸化が進むと、それが原因となって気密性の低下を生ずるという問題も生じていた。

さらに、予めハンダをコートしたガラス板同士を接着する方法においては、最初のハンダコート表面における酸化被膜を接着時に完全に除去してミクロな介在物も存在しないようにすることは困難である。そのため気密性が悪く、特に真空シールとしては不十分なものしか得られなかった。

20 その他に、封止材として鉛を多量に含むハンダを用いた場合は、例えば酸性雨等に曝されるような環境下におかれたガラスパネルの封止部分から鉛が溶出する ため、環境へ悪影響を及ぼす可能性があった。

以上のごとく、従来技術においては、気密封止に必要とされるガラス板と金属の接合状態についての具体的な要件は教示されておらず、特に、建築用窓ガラスのように寸法の比較的大きなガラスパネルを作製することは実際上困難であった。本発明は、かかる問題点を解決するべくなされたものであって、一対のガラス板を両ガラス板の周縁部で気密封止したガラスパネルを提供することを目的とする。また、鉛の溶出のない、環境に対して悪影響を及ぼさないガラスパネルを提供することをも目的とする。

発明の開示

15

20

25

本発明のガラスパネルおよび当該ガラスパネルの製造方法の特徴構成は次の通りである。

5 請求の範囲第1項に係るガラスパネルは、第2図および第3図に示すごとく、 一対のガラス板を間隙部を介して対向配置するとともに、前記両ガラス板の周縁 部を単一の金属材料で直接接合して、前記間隙部を気密に封止した点に特徴を有 する。

前記した従来技術のように、一対のガラス板の周縁部にハンダ溶着用の金属被 10 膜を形成し、この金属被膜間に金属材料が形成される構成にあっては、気体分子 の通過経路となり得るミクロな隙間はガラス板表面と金属被膜の間、および金属 被膜と金属材料の間という異種材料間の界面で生じ易い。

しかし、本構成であれば、ハンダ溶着用金属被膜を用いずに単一の金属材料の みでガラス板と接合しているため、ガラス板の周縁部において気密性を維持する ことが可能である。

ここで、本発明における「ガラス板と金属材料の直接接合」とは、接合に関与している異種材料界面が、封止対象であるガラス板表面と金属材料との界面のみであることを意味する。そして、「単一の金属材料」とは、各組成から構成された金属材料または合金材料であって、単体で一対のガラス板間に用いられるものである。例えば、2種以上の組成の異なるハンダを用いた接合による封止は明らかに本発明の範囲外である。また、接合部分において金属以外の物質が介在している状態も本発明に反したものである。すなわち、例えばハンダコートしたガラス板同士を加熱接着した場合、もともとのハンダ表面に生成された酸化物に起源を有する介在物がハンダ中に存在し、気密性低下の原因となる。また、ハンダ酸化防止のために通常用いられるフラックス等の残査も気密性を悪化させるため、接合部分に存在してはならない。すなわち、従来技術における被接着面への事前のハンダ溶着用金属被膜形成による方法およびそれにより得られたガラスパネルは本発明の範囲外である。

ガラス板表面に予めハンダをコートし、さらにそれを対向接着させることによ

る接合は、その各々のハンダ表面の酸化物が残留し、それが異質材料界面となり、 やはり本発明の範囲外である。すなわち、従来技術において教示されている方法 は、本発明の方法に反したものである。

前記のように、本発明においては、ガラス板と単一の金属材料との直接接合により気密封止することを特徴としているが、それは接合に直接関与していないかまたは間接的に関与している他の金属材料、無機材料または有機材料を、接合部位またはその近傍へ存在させても構わない。すなわち、例えば封止用の金属材料と異なる他の金属材料からなる線材、粉末等を予めガラス板の接合部分に載置し、次いで当該接合部分に封止用の金属材料を充填させることにより、前記線材、粉末等から封止用の金属材料に含有される成分が当該封止用の金属材料中に溶け込み、接合強度を向上させたり、あるいは接合部位を環境から保護するために無機材料や有機材料等の被膜で被覆することは、本発明の趣旨を妨げるものではない。請求の範囲第2項に係るガラスパネルは、前記金属材料中の鉛の含有量が重量%で表示して0.1%未満であることを特徴とする。

15 本構成であれば、ガラスパネルが酸性雨等に曝されるような過酷な環境下にお かれた場合でも、鉛の溶出はなく、環境に対して悪影響を及ぼすこともない。

請求の範囲第3項に係るガラスパネルは、前記金属材料の液相線温度をTL(℃)、前記ガラス板の歪点をTS(℃)で表したとき、

100≤TL≦(TS-100)である点に特徴を有する。

20 ここで「金属材料の液相線温度TL」とは、低温側から昇温したときにその金属が完全に液相になる温度を指し、示差熱分析等で測定することができる。

また、「ガラス板の歪点TS」とは、ガラスの粘度が 4×10 11 poiseのときの温度をいう。

金属材料は、通常は溶融状態でガラス板と接合させるので、ガラス板の変形を 55 防ぐために、金属材料の液相線温度TL(℃)は、接合するガラス板の歪点TS (℃)以下であることが望ましい。これにより、ガラス板の変形が小さい温度域 での接合が可能である。さらに、破壊の原因となり得るガラス板と金属材料間の 熱膨張の差により発生する応力を小さくするには、なるべく低い温度での接合が 望ましく、目安としてTLがTSより100℃以上低いことがより好ましい。ま

20

25

た、ガラスパネルは日常の使用を考えた場合、夏の非常に強い日差しに照らされ、かなりの高温になることがあり得る。このとき、TLが低すぎると強度が低下する。このことから、TLは100 \mathbb{C} 以上であることが好ましい。より好ましくは、TLは150 \mathbb{C} 以上である。

まとめると、封止用金属材料の液相線温度TL (\mathbb{C}) と接合するガラス板の歪点TS (\mathbb{C}) の好ましい関係は、 $100 \le TL \le (TS-100)$ である。この関係になるように、金属材料の各成分の割合により液相線温度を調整したものを用いる。

請求の範囲第4項に係るガラスパネルは、前記金属材料中に、Sn、Zn、A 10 1、SiおよびTiのうち2種以上の成分を含有させた点に特徴を有する。

本構成であれば、含有した成分とガラス板表面の酸素とが結合して接合強度を 向上させることができる。

本発明の接合部分に用いられる金属材料としては、以下に示した成分および組成範囲からなるハンダが挙げられる。より好ましい組成の範囲とその限定理由については以下の通りである。但し、組成および成分比率は重量%で表示したものである。

Snは毒性がなく、被接合体に対する濡れを得るという作用を有する。

Znはガラス、セラミックス等の酸化物材料に対する接着力を付与する。Zn添加量が多すぎるとハンダが脆くなる傾向が顕著となり、実用上好ましくない。好ましい添加量の範囲は、 $0.5 \sim 10\%$ である。

SnとZnとの二元系は共晶系であり、共晶点組成において、溶融状態からの 冷却により、微細な組織を有する合金となり易い。共晶点は

Sn91%、Zn9%に相当し、その共晶温度198℃で液相とSn側およびZn側の2固相が共存する。この共晶点組成は、前記のように冷却固化に際して微細な金属組織となり易く、そのため柔軟性に富み、ガラス板との接合時に発生する応力を緩和するのに有利であり、接合強度が向上するため好ましい。したがって、SnとZnはこの共晶組成に相当する割合に近い比率でハンダ中に含有されていることが好ましく、特にSnとZnとの合計に対するZnの比率が8~10%になっていることが好ましい。

15

20

25

...

Alte.

A1は、非常に酸化され易い元素であるが、酸化物との接合においては結合をつくり易いという利点がある。A1添加量が0.001%未満ではその効果が低く、3.0%を超えるとハンダ自体の硬さが増し、耐ヒートサイクル性を確保するのが難しいとともに融点が高く、作業性が悪化する。より好ましい添加量は、0.001~1.0%の範囲である。

Siは、非常に酸化され易い元素であるが、酸化物との接合においては結合をつくり易いという利点を有するとともに、少量添加の場合、冷却固化する際の金属組織の微細化に効果があり、ハンダの柔軟性を増す。Si添加量が0.001%未満ではその効果が低く、3.0%を超えるとハンダ自体の硬さが増し、耐ヒートサイクル性を確保するのが難しいとともに融点が高く、作業性が悪化する。より好ましい添加量は、

0.001~1.0%の範囲である。

Tiは、非常に酸化され易い元素であるが、酸化物との接合においては結合をつくり易いという利点がある。また酸素の溶解度が大きいため、ハンダ中に酸素を含有させるのに効果的な成分である。すなわち、酸化物の析出は起こさずにTi-Oという形で酸素をハンダ中に取り込むことができ、後述するように、この酸素がガラスとの接合形成を促進する。Ti添加量が0.001%未満ではその効果が低く、3.0%を超えるとハンダ自体の硬さが増し、耐ヒートサイクル性を確保するのが難しいとともに融点が高く、作業性が悪化する。より好ましい添加量は、0.001~1.0%の範囲である。

請求の範囲第 5 項に係るガラスパネルは、前記金属材料が0(酸素)を含有するものであり、その含有量を重量%で表示して、 $0.001\sim1.5$ %の範囲とした点に特徴を有する。

例えば、酸素を金属材料中に溶解した形で含有させておくことで、ガラス板と 金属材料界面での結合形成を促進することができる。酸素を金属材料中に含有させるには、例えば酸素を含む雰囲気で金属材料を溶解作製するか、あるいはガラス板との接合を酸素を含む雰囲気下で行うかのいずれか、あるいは両方を行うことにより可能である。

酸素は、金属材料とガラスとの接合を促進する成分である。酸素を金属材料中

に溶解した形で含有していることにより、ガラスと金属材料界面において、酸化物結合から金属結合への移行が滑らかになり、接合界面が強固になる。酸素濃度が小さすぎると効果が少なく、大きすぎると金属材料中に酸化物の析出物を生じ易くなる。酸素濃度は

- 5 0.0001%以上が望ましく、より好ましい濃度範囲は0.001%以上である。さらに好ましくは0.001~1.5%の範囲である。酸素を含有した金属材料の作製は、金属材料を酸素を含む雰囲気下、例えば大気中で溶融することで可能であり、溶融時の温度、時間等を調整することで含有量を増減することができる。また、接合に使用する前の金属材料では酸素を含有していない場合でも、
- 10 接合時の雰囲気を調整することで、接合後の金属材料中の酸素濃度が好ましい含有量に達している場合がある。この場合には、前記酸素含有金属材料と同様の強 固な接合を得ることができる。

請求の範囲第6項に係るガラスパネルは、第4図から第8図に示すごとく、前記一対のガラス板の各々の大きさが異なり、周縁部において1~10mmの幅で一方のガラス板の端縁が他方のガラス板の端縁を越えて突出するよう対向配置されており、前記金属材料が突出部分から間隙部の内部に向かって充填されている点に特徴を有する。

本構成で有れば、前記間隙部のみならず、ガラス板の端面も接合に寄与させることができるので、接合強度を向上させることができる。

20 請求の範囲第7項に係るガラスパネルは、前記間隙部を減圧状態に密閉した点に特徴を有する。

本構成であれば、ガラスパネルの熱貫流率を低下させることができ、断熱性に 優れたガラスパネルを得ることができる。

請求の範囲第8項に係るガラスパネルの製造方法は、第1図に示すごとく、前 25 記一対のガラス板間にスペーサーを配設して間隙部を形成し、溶融した単一の金 属材料を前記ガラス板の周縁部に充填して前記両ガラス板と前記金属材料とを直 接接合し、前記間隙部を気密に封止した点に特徴を有する。

従来の方法では、例えば、ガラス板の表面にハンダ溶着用の金属被膜を設けて 封着していた。この場合には、ガラス板表面と金属被膜との間、あるいは、金属

15

25

被膜とハンダとの間など異種材料間の界面が多く存在することとなる。

しかし、本方法のごとく、単一の金属材料を前記ガラス板の周縁部に充填する ものであれば、異種材料間の界面が2箇所となって、その数を最小に止めること ができる。よって、異種材料の界面におけるミクロな隙間が生じ難くなり、ガラ ス板の周縁部における気密性維持の信頼性が向上する。

ここで、「溶融した金属材料をガラス板の周縁部に充填させる」際には、ガラス板と金属材料とを直接接合させることが重要である。特に、溶融金属材料が酸素を含む雰囲気と接した際に発生する酸化物が接合界面に介在すると接合強度が低下し、真空気密封止に対しても弱いものになるため、当該酸化物を極力排除しなければならない。

請求の範囲第9項に係るガラスパネルの製造方法は、前記一対のガラス板を前記金属材料の液相線温度未満に加熱して保持し、溶融した金属材料は前記両ガラス板の間隙部に充填される前に、溶融状態で雰囲気に接触する部分と接触しない部分を有し、雰囲気に接触しなかった部分のみを前記間隙部に充填させ、雰囲気と接した部分は前記間隙部に入らないようにしながら供給し、前記両ガラス板の周縁部の間隙に充填することを特徴とする。

本方法のごとく、ガラス板を前記金属材料の液相線温度未満に加熱することで、ガラス板の濡れを向上し、溶融金属材料の充填を容易にすることができる。

また、雰囲気と接した溶融金属材料を前記間隙部に入れないこととするのは以 20 下の理由による。

即ち、金属材料が酸素との親和力が大きい成分を含む場合、雰囲気中のわずかな酸素で金属材料の酸化が進行する。このため、金属材料の酸化を抑制するために、通常、例えば不活性雰囲気あるいは減圧下の環境でガラス板との接合を行うことが必要となる。そこで、本方法では、酸化物で覆われた金属材料の内部のみを接合部分に浸透させることで、表面に生成した酸化物が接合部分に浸入することを防止している。

請求の範囲第10項に係るガラスパネルの製造方法は、第11図および第12 図に示すごとく、前記両ガラス板の間隙部に溶融した金属材料を供給する方法に おいて、溶融した金属材料を前記間隙部に導くガイドを設置し、少なくとも前記 . 5

15

20

25

ガイドの一部分を前記間隙部に挿入してある点に特徴を有する。

ここで前記「ガイド」とは、溶融した金属材料を供給する装置の出口部分から 両ガラス板の間隙部に溶融金属材料を導くものを指す。溶融金属材料は、ガイド との濡れ、またガイドの形状による流れの拘束により所定の部位へ導かれる。

本方法のごとく、ガイドが設置されていることにより、特に狭い間隙部の場合に困難な金属材料の間隙部への導入が促進され、容易になり、導入速度が大きくなる。そのため、前述した金属材料とガラス板との直接接合が形成し易くなる。

請求の範囲第11項に係るガラスパネルの製造方法は、第11図および第12 図に示すごとく、前記ガイドの形状を板状あるいは棒状とした点に特徴を有する。

10 本方法の形状を有するガイドであれば、板状部分の板厚あるいは棒状部分の直径等を適宜設定することで、一対のガラス板どうしの間隙部が何れの大きさであっても、前記ガイドを前記間隙部に挿入することができる。よって、金属材料の充填を確実に行うことができる。

請求の範囲第12項に係るガラスパネルの製造方法は、第13図から第16図に示すごとく、前記間隙部において、前記溶融した金属材料と前記ガラス板表面との界面を物理的に刺激し直接接合を促進する刺激伝達物を用いると共に、当該刺激伝達物の少なくとも一部分を前記間隙部に挿入する点に特徴を有する。

ここで「刺激伝達物」とは、物理的な刺激を外部から間隙部の溶融金属材料に伝える機能を有するものである。このように、物理的な刺激を溶融金属材料に付与することで、金属材料とガラスの界面において直接接合の妨げとなる酸化物等を強制的に排除し、より強固で密な接合界面を得ることができ、気密封止に好適な状態となる。

請求の範囲第13項に係るガラスパネルの製造方法は、第13図から第16図に示すごとく、前記刺激伝達物の形状が板状あるいは棒状である点に特徴を有する。

請求の範囲第11項に係る記載で述べたごとく、本方法の形状を有する刺激伝達物であれば、板状部分の肉厚あるいは棒状部分の直径等を適宜設定することで前記間隙部に一部を挿入することが可能であり、間隙部に充填される金属材料とガラスとの界面において直接接合を促進する物理的刺激を効率良く、効果的に加

えることができる。

請求の範囲第14項に係るガラスパネルの製造方法は、第13図から第16図に示すごとく、前記直接接合を促進する物理的刺激が、刺激伝達物を機械的に動かすことによるものであり、その機械的な動きが回転、振動の少なくともいずれか一方からなる点に特徴を有する。

通常、前記間隙部に充填する溶融金属材料はある程度の粘性を有するが、本方法のごとく一部が前記間隙部に挿入された刺激伝達物を機械的に動かすものであれば、間隙部に充填される金属材料を強制的に動かすことにより、ガラスとの界面において直接接合を促進する物理的刺激が効率良く、効果的に加えられる。

10 また、当該機械的動きを回転あるいは振動とすることは装置を作製する上で容易であり、簡便な装置を用いながらガラスパネルの周縁部を確実に封着することができる。

請求の範囲第15項に係るガラスパネルの製造方法は、前記刺激伝達物の表面 に凹凸を設けることができる。

15 ここで前記「凹凸」とは、溝、突起等をも含む。この凹凸により、溶融金属材料とガラスとの界面が効果的に更新される。例えば、当該刺激伝達物と前記溶融金属材料との摩擦程度が向上するため、溶融金属材料を強く攪拌することができる。この結果、前記界面に残留しようとする金属材料の酸化物を積極的に排除することができる。さらに、ガラス板側の表面も摩擦しながら溶融金属材料が充填される場合、より直接に金属材料の構成成分とガラスの構成成分とが出会うため、接合がより強固で密になり、良好な接合界面の形成に寄与することができる。

請求の範囲第16項に係るガラスパネルの製造方法は、第11図~第16図に示すごとく、前記ガイドまたは/および刺激伝達物を、前記間隙部に沿って動かす点に特徴を有する。

25 本方法であれば、例えば、長い辺を有するガラスパネルの周縁部を容易に封着 することができる。

請求の範囲第17項に係るガラスパネルの製造方法は、前記ガイドおよび前記刺激伝達物のうち少なくとも一方が金属材料からなる点に特徴を有する。

本方法のごとく、金属材料を用いて前記ガイドあるいは前記刺激伝達物を構成

15

20

25

することとすれば、所望の強度・耐食性等を有するガイドあるいは刺激伝達物を 容易に得ることができる。

尚、前記ガイドあるいは前記刺激伝達物は、必要に応じてセラミック等を用い て構成することもできる。

5 請求の範囲第18項に係るガラスパネルの製造方法は、前記ガイドと前記刺激 伝達物とを同一の部材とし、両者の機能を兼ね備えた部材で構成することができ る。

本方法であれば、前記間隙部に対して溶融金属材料を容易に導入することができ、しかも、ガラス板と溶融金属材料との良好な接合界面を効率良く形成することができる。

請求の範囲第19項に係るガラスパネルの製造方法は、第4図~第8図に示すことく、前記一対のガラス板の各々の大きさが異なり、周縁部において1ないし10mmの幅で一方のガラス板の端縁が他方のガラス板の端縁を越えて突出するよう対向配置し、前記金属材料を一方のガラス板の突出部分から間隙部に向かって毛細管現象により浸透させて充填する点に特徴を有する。

本方法であれは、前記一方のガラス板を下側に設置することにより、突出部分を介して溶融金属材料を間隙部に導入することが可能となるから、溶融金属材料の充填作業が容易となる。

請求の範囲第20項に係るガラスパネルの製造方法は、第17図〜第18図に示したごとく、前記一対のガラス板を前記金属材料の液相線温度未満に加熱して保持し、溶融した金属材料とガラス板の少なくとも一方に振動を印加し、前記両ガラス板の周縁部の間隙に毛細管現象により浸透させて充填する点に特徴を有する。

すなわち本方法は、振動の印加によりガラス板との濡れが向上した溶融金属材料を通常毛細管現象と呼ばれる自身の濡れの力で周縁部に浸入させ、ガラス板の周縁部において金属材料がガラス板に充填されるものである。本方法によれば、前記引用した従来技術において生じるような異質材料界面の形成が最小限となり、気密封止にとって望ましい状態となる。振動の印加は、直接振動体を溶融金属材料に接することで与えるかガラス板に振動を加える方法のほか、例えば電磁誘導

15

20

25

等により物理的な接触がない状態で金属材料を振動させることも可能である。

尚、ガラス板を加熱することで、溶融した金属材料とガラス板の濡れが向上する。よって、金属材料の間隙部への浸透・充填が促進され、気密封止の信頼性が向上する。

5 請求の範囲第21項に係るガラスパネルの製造方法は、前記振動が振動数の異なる2種以上の振動からなり、そのいずれか一方あるいは両方を、金属材料とガラス板との少なくとも一方に印加することができる。

前記間隙部に対する溶融金属材料の毛細管現象の程度は、溶融金属材料の温度 や前記間隙部の寸法などによって変化すると考えられる。一般的に毛細管現象は 間隙が小さいほど液体が間隙に浸透しようとする力が増大するが、その一方で、 液体が間隙に入り込む部分(流入口)の断面積が小さくなり、その部分での抵抗 が増す。本方法のごとく2種以上の振動数を設定しておけば、振動の分布形態に より、前記浸透力と流入口部分での抵抗とのバランスをとることができ、最も効 率よく毛細管現象を生じさせることが可能となる。よって、前記間隙部への溶融 金属材料の浸透が安定的なものとなる。

請求の範囲第22項に係るガラスパネルの製造方法は、前記印加する2種以上の振動が、各々1Hz~10kHzの範囲の低周波振動、および、15~100kHzの範囲の超音波振動のいずれかである点に特徴を有する。

本方法のごとく、1Hz~10kHzの範囲の低周波振動を付与することで、 間隙に浸透する溶融金属材料の流入口での抵抗を小さくすることができ、効率良 く間隙に浸透させることが可能である。

また、 $15 \sim 100$ k H z の範囲の超音波振動を付与することで、接合界面における金属材料の酸化被膜形成を抑制することができる。

尚、前記印加する振動の振動数は、前述のごとく $15kHz\sim100kHz$ の場合に好ましい結果が得られるが、15kHz以上の範囲であれば、接合界面での金属材料の酸化被膜形成を抑制することができ、実用上十分な性能を得ることができる。装置も安価でかつ扱い易いものとなる。ちなみに、最も望ましい範囲は、 $15kHz\sim80kHz$ である。

さらに、800kHz~10MHzの領域の振動を印加すると、界面における

25

金属材料とガラス板との密着性を向上させるのに有効であり、より緻密で強固な ・界面を得ることができる。

請求の範囲第23項に係るガラスパネルの製造方法は、前記金属材料中の鉛の 含有量が重量%で表示して0.1%未満であることを特徴とする。

5 本方法であれば、ガラスパネルが酸性雨等に曝されるような過酷な環境下にお かれた場合でも、鉛の溶出はなく、環境に対して悪影響を及ぼすことがないガラ スパネルを得ることができる。

請求の範囲第 24 項に係るガラスパネルの製造方法は、前記金属材料の液相線温度を $TL(\mathbb{C})$ 、前記ガラス板の歪点を $TS(\mathbb{C})$ で表したとき、 $100 \leq TL \leq (TS-100)$ である点に特徴を有する。

本方法であれば、請求の範囲第3項で記載したのと同様に、溶融状態下にある 金属材料をガラス板と接合させる際に、ガラス板が変形するのを防止することが できる。また、ガラス板と金属材料間の熱膨張の差により発生する応力を小さく することで、ガラス板の破壊を防止することもできる。

15 請求の範囲第25項に係るガラスパネルの製造方法は、前記金属材料中に、Sn、Zn、Al、SiおよびTiのうち2種以上の成分を含有させた点に特徴を有する。

本方法であれば、請求の範囲第4項で記載したのと同様に、含有した成分とガラス板表面の酸素とを結合させて、接合強度を向上させることができる。

20 請求の範囲第26項に係るガラスパネルの製造方法は、前記金属材料がO(酸素)を含有するものであり、その含有量を重量%で表示して、0.0001~1.5%の範囲とした点に特徴を有する。

本方法であれば、請求の範囲第5項で記載したのと同様に、酸素を金属材料中 に溶解した形で含有させておくことで、ガラス板と金属材料界面での結合形成を 促進することができる。

請求の範囲第27項に係るガラスパネルの製造方法は、前記間隙部を減圧状態 に密閉した点に特徴を有する。

本構成であれば、請求の範囲第7項で記載したのと同様に、ガラスパネルの熱 貫流率を低下させることができ、断熱性に優れたガラスパネルを得ることができ る。

図面の簡単な説明

第1図は、第1実施形態に係るガラスパネルの断面図であり、

5 第2図及び第3図は、第1実施形態に係る封止部分を示す部分断面図であり、 第4図及び第5図は、第2実施形態に係る封止部分を示す部分断面図であり、 第6図は、第3実施形態に係る封止部分を示す部分断面図であり、

第7図及び第8図は、第4実施形態に係る封止部分を示す部分断面図であり、

第9図及び第10図は、本発明の範囲外である第5実施形態に係る封止部分を

10 示す部分断面図であり、

第11図は、第6実施形態に係る製造方法の実施形態を示す断面図であり、

第12図は、第6実施形態に係る製造方法の実施形態を示す平面図であり、

第13図は、第7実施形態に係る製造方法の実施形態を示す断面図であり、

第14図は、第7実施形態に係る製造方法の実施形態を示す平面図であり、

15 第15図は、第8実施形態に係る製造方法の実施形態を示す断面図であり、

第16図は、第8実施形態に係る製造方法の実施形態を示す平面図であり、

第17図は、第9実施形態に係る封止方法を示す部分断面図であり、

第18図は、第10実施形態に係る封止方法を示す部分断面図である。

20 発明を実施するための最良の形態

以下に本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。

(第1実施形態)

第1図は、主表面を互いに対向させた一対のガラス板1A, 1B間に複数のスペーサー2を介在させて、それらのガラス板1A, 1B間に間隙部Vを形成し、

25 両ガラス板 1 A , 1 B の周縁部同士を金属材料 3 で接着してその間隙部 V を密閉 してあるガラスパネル P を示す断面図である。

両ガラス板1A, 1Bは、厚みが約3mmの透明なフロート板ガラスで構成され、第1図に示す実施形態では、一方のガラス板1Aは、両ガラス板1A, 1Bの主表面を互いに対向させた状態で、その端縁5Aが全周に亘って他方のガラス

板1Bの端縁5Bよりも主表面に沿う方向に突出するように、他方のガラス板1 Bの外形寸法よりも一回り大きな外形寸法に形成してある。

間隙部 V は、両ガラス板 1 A, 1 B 間に間隙部 V を形成した後に、その間隙部 V の空気を吸引する等の方法によって、減圧環境 (1.0 ×

 $5 10^{-2}$ (Pa)以下)を呈する状態に構成してある。

本発明の接合部分に用いられる金属材料3としては、前述のごとく、Sn・Zn・Al・Si・Ti・Oなどを含むものが好ましい。

しかし、この他にも、以下に示した成分および組成範囲からなるハンダ3Aを 用いることができる。但し、組成および成分比率は重量%で表示したものである。

10 Cuは、添加することによりハンダ3Aの機械的強度の向上に優れた効果を発揮する。Cu添加量が9%を超えると融点が高くなるとともにSnとの金属間化合物が多量に発生し、機械的強度が逆に低下することが問題となる。より好ましい添加量の範囲は、0.001~1.0%である。

また、上記の成分以外に、In、Ag、BiおよびSbを適宜添加することが 15 できる。

Inはハンダ3Aの融点を低下させるばかりでなく、濡れ性を向上させ、ハンダ3A自体を柔らかくするという作用を有する。In添加量が0.1%未満ではその効果が低く、50%を超えると逆にハンダ3A自体の強度確保が困難となるだけでなく、コスト的にもかなり高価となる。

- 20 Agは上記したCuと同様に、添加することによりハンダ3Aの機械的強度の向上に優れた効果を発揮する。Ag添加量が0.1%未満ではその効果が低く、機械的強度の向上が得られず、6%超えるとCuと同様に融点が高くなるとともにSnとの金属間化合物が多量に発生し、機械的強度が逆に低下することが問題となる。より好ましい添加量の範囲は、0.1~3.5%である。
- 25 BiおよびSbのうち1種類以上の元素を10%以下の範囲で適宜添加することができる。Biはハンダ3Aの濡れ性を改善させることができる。Sbはハンダ3A付け外観を良好にし、クリーブ抵抗を増大させる。また、その他Fe、Ni、Co、Ga、Ge、P等の元素を微量添加してもハンダ3Aとしての特性、すなわち無鉛の他、ハンダ3A付け性および機械的強度を高めることができる。

本発明に適合した金属材料3の例としては、例えば、0.001~

- 3. 0%oTi、0~3. 0%oA1、0~3. 0%oSi、0~
- 9. 0%のCu、72~99.9%のSn、0.1~10.0%のZn、からなり、かつPbが0.1%未満であり実質的に含有しないものが挙げられる。
- 5 さらに、本発明により好ましい金属材料3の例としては、前記組成範囲において、さらにSnとZnとの合計に対するZnの比率が8~
 - 10%であるものが挙げられる。

第2図および第3図は、金属材料3による封止部分を示す部分断面図である。 両ガラス板1A,1Bの端縁5A,5Bが揃う状態に重ね合わされており、この 状態で金属材料3が両ガラス板1A,1Bの対向面の間に充填されている。この ように、第2図の構成においては、ガラス板1A,1Bの対向面の少なくとも端 縁5Aを含んで、金属材料3が一定の幅で充填されている。

金属材料3をガラス板1A,1Bの対向面の端縁部分から形成することは、周縁部において気密性を維持する上で重要である。すなわち、気体分子の通過経路となり得るミクロな隙間はガラス板1A,1Bと金属材料3の界面で生じ易く、特にその界面が露出している部分が界面劣化のきっかけとなり易い。その抑制のためには、金属材料3とガラス板

1A, 1Bとの接合形態としては、金属材料3とガラス板1A, 1Bを引き離すような力が加わった場合に界面に応力が集中しないような形態が望ましい。従って、ガラス板1A, 1Bの対向面の端縁部分を含んで金属材料3が接合されていることが重要である。

(第2実施形態)

20

また、第4図および第5図も、金属材料3による封止部分を示す部分断面図である。ここでは、下側のガラス板1Aの端縁5Aが上側のガラス板1Bの端縁5Bを越えて突出した状態に重ね合わされており、この状態で金属材料3が両ガラス板1A,1Bの対向面の間に充填されている。このように、第4図および第5図の構成においては、ガラス板1Bの対向面のうち少なくとも端縁5Bを含んで、金属材料3が一定の幅で充填されている。

(第3実施形態)

第6図では、両ガラス板1A,1Bの接合部分にスペーサーを兼ねた線材6を配置してある。当該線材6は前記金属材料3とは異なる材料からなる。前記線材6は前記金属材料3に接触させてあり、接合に直接関与していないが、この線材6から金属材料3に特性の成分を溶け込ませて、金属材料3とガラス板1A,1Bとの接合強度を向上させることができる。

(第4実施形態)

5

10

15

第7図では、金属材料3の外面を、保護用被膜7で被覆している例である。この保護用被膜7は、金属材料3を水分等、周囲環境からの影響を軽減するためのものである。第8図に示した例も、前記第7図と同様であるが、保護被膜7は周縁部断面の全体を被覆しており、周囲環境からの封止部分の保護、さらに強度向上の目的を付与させることができる。

第7図、第8図の両例ともに、前記保護被膜7は、上記の目的を叶えるものであれば、樹脂等の有機材料あるいはセラミックス等の無機材料、金属材料3の何れであってもよい。気密封止の機能自体は、最終的に封止用の金属材料3が担っているが、保護被膜7は保護層、強度向上用の補強層等の気密封止性能を良好に維持するための間接的な役割を果たしており、この場合も本発明の趣旨と矛盾しない。

(第5実施形態)

第9図および第10図は、本発明の請求項の範囲外の構成を示す部分断面図で 20 ある。すなわち、第9図のように、両ガラス板1A,1Bにおける接合部分の対 向面には、金属材料3がなじむように予め金属被膜8を形成してある。金属材料3はその金属被膜8に接着しており、直接にはガラス板1A,1B表面と接着し 結合を形成していない。また、第

10図は、両ガラス板1A,1Bの接合部分の対向面に予め金属材料3の層が形 25 成され、それを対向させ加熱融着したものである。この場合には、当初の層表面 が重なった位置に界面酸化物9が存在する。

この第9図および第10図に示す構成は、ガラスパネルPの周縁部において高い気密性を維持するには不適当である。すなわち、物理的な接合は形成されているものの、金属材料3とガラス板1A,1Bとの結合が緻密ではなく、気体分子

の通過経路となり得るミクロな隙間が生じ易いからである。

(第6実施形態)

第11図および第12図は、本発明の第一の方法に適合したガラスパネルPの製造方法の実施形態を模式的に示したものである。第11図は側面から見た断面図、第12図は上方から見た図である。溶融した金属材料3 (ハンダ3A) は、ガイド12を介してハンダ溶融槽11から供給され、ガラス板1A, 1Bの間隙の周縁部に充填される。ハンダ溶融槽11とガイド12は一体となっており、これをハンダ3Aを導入しながらガラス板1A, 1B間の端部に沿って動かすことにより、ガラス周縁部全体を封止する。前記ガイド12は50mm/sの速度で移動させた。

(第7実施形態)

10

第13図および第14図は、本発明の第一の方法に適合したガラスパネルPの製造方法の別実施形態を模式的に示したものである。第13図は側面から見た断面図、第14図は上方から見た図である。ここでは、前記間隙に回転板13を挿入してある。当該回転板13は、駆動モーター14によって回転駆動され、ガラスパネルの周縁部に沿って移動可能である。当該回転板13は、溶融したハンダ3Aがハンダ溶融槽11から導入されるのを助け、前記ハンダ3Aを、ガラス板1A,1Bの間隙の周縁部に充填する。そして、ハンダ3Aとガラス板1A,1Bとの界面を物理的に更新する機能を有する。ハンダ溶融槽11と回転板13とは一体となっており、これをハンダ3Aを導入しながらガラス板1A,1B間の端部に沿って移動させ、ガラス周縁部全体を封止する。前記回転板13は、第14図に示す平面方向視において時計回りに

2000rpmで回転させた。この場合の前記回転板13の進行方向は、第14 図に示した矢印の方向とした。

25 (第8実施形態)

第15図および第16図は、本発明の第一の方法に係る一実施形態を模式的に示したものである。第15図は側面から見た断面図であり、第16図は上方から見た平面図である。第11図に示した方法と同様に、溶融槽11からの溶融ハンダ3Aが、ガイド12を介してハンダガラス板1A,1Bの間隙の周縁部に充填

される。さらに、本実施形態では、ハンダ3Aとガラス板1A, 1Bとの界面を 物理的に更新する回転棒

15が設けられており、充填されたハンダ3Aを強制的に流動させる。当該回転棒15は駆動モーター14によって回転駆動する。第16図では、矢印の方向にガイド12および回転棒15が進行する。前記回転棒15は、前記駆動モーター14からガラスパネルPを見た方向視において時計回りに回転させた。当該回転速度は15000rpmとした。ハンダ溶融槽11と回転棒15とは一体動作する。これらを、ハンダ3Aを導入しながらガラス板1A,1Bの端部に沿って移動させ、ガラス周縁部全体を封止する。

10 (第9実施形態)

第17図は、前記両ガラス板1A,1Bの周縁部の間隙に、金属材料3を毛細管現象により浸透させて充填する方法を示している。その際には、前記一対のガラス板1A,1Bを前記金属材料3の液相線温度未満に加熱して保持する。同時に、溶融した金属材料3とガラス板1A,

15 1 Bの少なくとも一方に振動を印加する。

ガラス板1A,1Bの加熱は、例えばホットプレート上のグラファイト板に載置して加熱する。そして、金属材料3を、例えば、特定の周波数でこて先が振動する超音波ハンダごて10等を用いて溶解しながら、両ガラス板1A,1Bの間隙部Vに浸透させる。第17図は、前記金属材料3であるハンダ3Aの線材を順次送り出す様子を示している。ハンダ3Aを浸透させた後、常温まで冷却し、ガラス板1A,1Bの外周縁を封止密閉する。

(第10実施形態)

20

25

第18図も、前記両ガラス板1A,1Bの周縁部の間隙に、金属材料3を毛細管現象により浸透させて充填する方法を示している。この場合にも、前記一対のガラス板1A,1Bを前記金属材料3の液相線温度未満に加熱して保持し、溶融した金属材料3とガラス板1A,1Bの少なくとも一方に振動を印加する。

ただし、ここでは、例えば金属材料 3 であるハンダ 3 A を予め溶融させてハン ダ溶融槽 1 1 に溜めておく。そして、ハンダ溶融槽 1 1 の底面から下抜きで適量 ずつハンダ 3 A を供給する。本実施形態においても、超音波ハンダごて 1 0 等を

25

用いてハンダ3Aの溶解状態を維持しながら、両ガラス板1A, 1Bの間隙部Vに浸透させる。

(その他の実施形態)

尚、上記の各実施形態あるいはその他の実施形態で使用されるガラス板1A,
1 Bは、その組成は特に限定されるものではなく、通常の窓ガラスに使用されるソーダ石灰系シリカガラスや、ホウ珪酸ガラス、アルミノシリケートガラス、結晶化ガラス等、いずれのものでも適用可能である。また、ガラス板1A, 1Bの製法についても、フロート法、ロールアウト法、ダウンドロー法、プレス法等、特に制限されない。これらのガラス板1A, 1Bを風冷強化したものを用いても良い。さらに、ガラス板1A, 1Bの表面に光学的、熱的特性向上等の目的で酸化物被膜、金属被膜等が形成されていても構わない。これらの被膜は、溶射、メッキ等によるハンダ溶着用の金属被膜と異なり、熱分解法、化学気相法、スパッタ法等により形成された緻密な膜とすることによって、ガラス板1A, 1Bの表面に強固に密着して一体化する。よって、これらの被膜が形成されたガラス板1A, 1Bを使用した場合でも、本発明の主眼であるガラス板1A, 1Bと金属材料3との直接接合の趣旨に反するものではない。

また、物理的あるいは化学的に非常に弱い膜であって、ガラス板1A,1Bと金属材料3との気密封止を妨げないような被膜を利用することは、本発明の趣旨には反しない。例えば、ガラス板1A,1Bと金属材料3との直接接合に際して金属材料3に溶解し、ガラス板1A,1Bと金属材料3との界面にほとんど残留しないような被膜を利用する場合である。

さらに、本発明で使用されるガラス板1A,1Bは、一方のガラス板1A,1Bと他方のガラス板1A,1Bとが、長さや幅寸法が同寸法のものを使用するのに限定されるものではなく、異なる寸法に形成してあるものを使用するものであってもよい。そして、両ガラス板1A,1Bの重ね方は、端縁同士が揃う状態に重ね合わせるものに限定されるものではなく、一方のガラス板1Aの端縁5Aが他方のガラス板1Bの端縁5Bを越えて突出していてもよい。さらに、一方のガラス板1Aと他方のガラス板1Bとの厚み寸法が異なるものを組み合わせてガラスが1Aと他方のガラス板1Bとの厚み寸法が異なるものを組み合わせてガラスパネルPを構成してあってもよい。

本発明による周縁部が気密封止されているガラスパネルPは、すでに開示されている技術、例えば、特表平5-501896号公報に開示されている方法等により、間隙部Vを減圧した状態で密閉することが可能である。あるいは本発明と同様な方法により、吸引減圧用の開口部を封じることも可能である。いずれにしる、本発明はガラスパネルPの周縁部の気密封止に関するものであり、間隙部Vを減圧した状態で密閉する方法に関して、なんら制限を設けるものではない。

/ men alubus dans as . .

(実施例1)

浄し、乾燥した。

〈ガラスパネルの形状〉

以下、実施例を示す。

3 mm厚のフロートガラス板を300mm×300mm角と
 290mm×290mm角の大きさにそれぞれ切断した。290mm角のガラス板には、中心部に直径2.0mmの貫通穴を設けた。これら2枚のガラス板を洗

そして、300mm角のガラス板を載置し、その上向きのガラス板面に高さ0.05mm、直径0.5mmの複数のスペーサーを20mm間隔に配置し、貫通穴を形成してある290mm角のガラス板を、両ガラス板の中心位置を一致させた状態に載置して、ガラス板同士を上下に重ね合わせた。なお、両ガラス板の歪点は500℃であった。

〈金属材料〉

20 前記金属材料としては、Sn90.5%、Ζn9.0%、

Ti0.15%、 Cu0.35%の組成からなり、鉛を含まない単一の金属材料であるハンダを用いた。

〈金属材料の充填作業〉

前記両ガラス板を、ホットプレート上のグラファイト板に載置して

25 150℃に加熱した。一方、前記ハンダを60kHzの周波数でこて先が振動する超音波ハンダごてで溶解した。

溶解したハンダを両ガラス板の間隙部に浸透させることにより、ガラス板の対向面の周縁部の全面に形成した。接合部分へのハンダの供給は、前記組成のハンダ線材を順次送り出すことにより行った。なお、このハンダの液相線温度は21

5℃であった。その後、常温に戻すことにより、ハンダによって間隙部の外周線が封止され密閉された。ハンダは両ガラス板の間隙部に浸透し充填した形態となっており、そのガラス板の間隙部の封止幅は端縁から2.5~4mmの範囲であり、且つ、前記ハンダが290mm角のガラス板の側面を全周囲にわたって覆っているガラスパネルが作製された。なお、これらの作業はすべて大気中で行った。また、ハンダを浸透させている際は、第17図のように溶融ハンダの表面は薄い酸化物で覆われながら、ガラス間隙に浸透するハンダは内部の酸化物を含まない部分のものであった。封止部分の断面の形態を観察したところ、全周囲に亘って第5図と同様であった。

10 〈リーク試験〉

このガラスパネルについて、直径 2.0 mmの貫通穴から前記間隙部の空気を吸引排気し、ヘリウムリークディテクターでリークを調べた結果、リーク量は 1×10^{-11} ($Pa\cdot m^3/s$)以下であり、ガラスパネルの周縁部の気密性が極めて高いことがわかった。

15 〈熱貫流率の測定〉

また、別途、このガラスパネルを吸引排気しながら前記排気用貫通穴を、周縁部と同様な方法で封じた。封じる時点でのガラスパネル内の真空度は 1×10^{-3} (Pa) 以下であった。このガラスパネルの熱貫流率を測定したところ、2.5 ($W/m^2\cdot K$) (2.2 ($kcal/m^2h^{\circ}C$)) であり、極めて断熱性の高いガラスパネルが得られた。

〈鉛溶出試験〉

20

また、以下のような鉛溶出試験を行った。試料のガラスパネルを 80℃の純水2000ml中に浸漬し、24時間保持した。その液中の鉛含有量 を高周波発光プラズマ分析により求め、それから接合箇所でハンダが露出してい 3部分の単位面積当たりの鉛の溶出量を求めることを試みた。その結果、液中鉛 濃度は検出限界以下であり、鉛は溶出していないことがわかった。

〈酸素含有量の測定〉

また、接合部分のハンダを採取し分析を行った結果、ハンダ中に 0.0015%のO(酸素)が含まれていることがわかった。 さらに、接合時のハンダ供給方法として、第18図のようにハンダを予め溶融 して溜めておくハンダ溶融槽を設け槽底面から下抜きで適量ずつ供給する方法を 用い、他は全く同様にしてガラスパネルを得た。このガラスパネルを上記と同じ く評価したところ、結果は全く同様であった。

5 さらに、スペーサーの高さを 0.2 mmとし、他は全く同様にしてガラスパネルを作製した場合も、すべての結果は同様であった。

-

成分 .	実施例 1	実施例 2	実施例3	実施例 4	実施例 5
S n	90.5	99.85	99.5	90.5	98.5
Zn	9	0	Ö	9.	0.5
A 1	0	0	0	0	0.5
Si	0	0	0	0	0.5
Тi	0.15	0.15	0.15	0.15	0.005
Cu	0.35	0	0.35	0	0
合計	100	1 0 0	100	100	100
T L (°C)	2 1 5	250	_	_	_

. 10

表 2

		_			
成分	実施例6	実施例7	実施例8	実施例 9	実施例10
S n	98.5	0	90.8	99.65	98.5
Zn	0	9 5	9	. 0	0.5
A1	2	5	0.1	0.1	0.5
Si	0	0	0.1	0.2	0.5
Ti	0	0	0.002	0.05	0.006
Cu	0	0	0	0	0.01
合計	100	1 0 0	1 0 0	1 0 0	1 0 0
T L (°C)	3 8 0	3 8 2	2 0 5	2 3 0	2 1 5

(実施例2~10)

表 $1\sim 2$ に示した組成のハンダを用い、その他は実施例 1 と同様にしてガラス 15 パネルを作製した。

また、表1~2に示した実施例2~10の全てについて、実施例1と同様のリーク試験・熱貫流率の測定・鉛溶出試験・酸素含有量の測定を行ったところ、実

施例1と同様の結果が得られた。

(実施例11)

ここで用いたガラスパネルの形状は、実施例1と同様のものとした。ただし、接合される部分のガラス板の間隙部に直径0.05mmのTiを含有する金属線を挟んだ状態に設置した。

これら両ガラス板を、ホットプレート上のグラファイト板に載置して150℃に加熱し、この状態でSn91%、Zn9.0%の組成からなる単一の金属材料であるハンダを、60kHzの周波数でこて先が振動する超音波ハンダごてで溶解しながら、両ガラス板の間隙部に浸透させることにより、ガラス板の対向面の周縁部の全面に形成した。このとき上記のTiを含有する金属線は、浸透したハンダに接触した状態になった。接合部分へのハンダの供給は、前記組成のハンダ線材を順次送り出すことにより行った。なお、このハンダの液相線温度は198℃であった。その後、常温に戻すことにより、ハンダによって間隙部の外周部を封止し、密閉した。ハンダはガラス板の間隙部に浸透し充填した形態となっていた。そのガラス板の間隙部の封止幅は端縁から2.5~

4 mmの範囲であり、且つ、前記ハンダが290 mm角のガラス板の側面を全周 囲にわたって覆っているガラスパネルが作製された。なお、これらの作業はすべ て大気中で行った。封止部分の断面の形態を観察したところ、全周囲に亘って第 5 図と同様であった。

20 このガラスパネルについて、実施例1と同様にリーク試験および熱貫流率の測定・鉛溶出試験を行った結果、実施例1と同様の結果が得られた。

また、実施例1と同様にハンダとガラス板の接合部分の断面についてEPMAにより線分析、面分析を行い、ハンダの各成分の分布を調べた。その結果、Tiを含有する金属線から溶け込んだTiがハンダ中に存在し、また酸素も含有されていることがわかった。

(実施例12)

25

本実施例では、溶融ハンダを毛細管現象によって両ガラス板の間隙部に浸透させる際に、40kHzおよび700Hzの2種類の振動を同時に印加した。具体的には、超音波ハンダごてのこて先に40kHzの振動を加えると共に、別の振

動体により超音波パンダごて全体に

700 H z の低周波振動を加えた。この他の条件は、実施例 1 と同じである。この場合、間隙部の封止幅は、端縁から $3.0\sim3.6$ m m の範囲となった。封止幅の均一性は良好であった。作製したガラスパネルの評価も実施例 1 と同様に行い、すべての結果は実施例 1 の結果と同様であった。

(実施例13)

10

15

25

本実施例においても、溶融ハンダを毛細管現象によって両ガラス板の間隙部に 浸透させる際に、40kHzおよび700Hzの2種類の振動を同時に印加した。 ただし、本実施例では、超音波ハンダごでのこて先に40kHzの振動を加える と共に、別の振動体により上側のガラス板周縁部に700Hzの低周波振動を加えた。この他の条件は、実施例1と同じである。この場合、間隙部の封止幅が端縁から3.0~

3.6 mmの範囲となった。封止幅の均一性は良好であった。作製したガラスパネルの評価も実施例1と同様に行い、すべての結果は実施例1の結果と同様であった。

(実施例14)

〈ガラスパネルの形状〉

ここでのガラスパネルの形状は以下のものとした。即ち、3mm厚のフロートガラス板を300mm×300mm角の大きさに2枚切断した。一方のガラス板20 には、中心部に直径2.0mmの貫通穴を設けた。これら2枚のガラス板を洗浄し、乾燥した。

そして、1枚のガラス板を載置し、その上向きのガラス板面に高さ

0.2 mm、直径 0.5 mmの複数のスペーサーを 2.0 mm間隔に配置し、貫通 穴を形成してあるもう 1 枚のガラス板を、両ガラス板の端縁を一致させた状態に 載置して、ガラス板同士を上下に重ね合わせた。なお、両ガラス板の歪点は 5.0 ℃であった。

〈金属材料〉

接合剤にはSn90.85%、Zn9.0%、 Ti0.15%の組成からなり、 鉛を実質的に含まない単一の金属材料であるハンダを用意した。このハンダの液 相線温度は215℃であった。

〈ガラス板の加熱条件〉

前記ハンダの充填に先立ち、前記両ガラス板を、ホットプレート上のグラファ イト板に載置して180℃に加熱しておいた。

5 〈金属材料の充填作業〉

10

15

金属材料の浸透は以下のごとく行った。第11図に模式的に示した方法により両ガラス板周縁部を封止した。すなわち、加熱されたガラス板の間隙部に対して、ハンダ溶解槽で溶解されたハンダをガイドが設けられたパイプにより送りこみ、両ガラス板の間隙部に充填させることによりガラス板同士を接合した。ガイドは厚さ0.15mmの金属製の板であり、ハンダの出口であるパイプ先端からやパイプ内部に、また間隙部に一部が挿入した形になっているものである。パイプ内径は3mm、ガイドの間隙部への挿入深さは約5mmであった。ハンダを供給しながら、このハンダ供給装置を周縁部に沿って移動させ、ガラス板対向面の縁部の全面にハンダ充填部を形成した。その後、常温まで冷却し、ハンダによって間隙部の外周縁を封止し密閉した。ハンダは両ガラス板の間隙部に充填した形態となっており、その間隙部の封止幅は端縁から約5mmの範囲であった。なお、これらの作業はすべて大気中で行った。供給したハンダは、ハンダ溶解槽において雰囲気に接していない部分のものであり、酸化物を含まないものである。

このガラスパネルについて、実施例1と同様のリーク試験・熱質流率の測定・ 20 鉛溶出試験・酸素含有量の測定を行った結果、実施例1と同様の結果が得られた。 (実施例15)

ここでは、実施例14と同様のガラスパネルの形状・金属材料・ガラス板の加熱条件を用いた。

第13図に模式的に示した方法により両ガラス板の周縁部を封止した。すなわ 5、加熱されたガラス板の間隙部に対して、ハンダ溶解槽で溶解されたハンダを、ガイドおよび刺激伝達物を兼ねた回転板によって両ガラス板の間隙部に充填し、ガラス板同士を接合した。回転板は厚さ0.1mm、径20mmの金属製の板である。前記回転板は、ハンダ供給装置の出口部分において、供給するハンダに完全に埋没した状態に設けてある。前記回転板は、ハンダを間隙部に導入する機能

15

20

25

と、ハンダとガラス板との界面を物理的に更新する機能とを有する。

間隙部へのハンダの供給に際して、雰囲気と接しているハンダは供給しないこととしている。雰囲気と接しているハンダは酸化物を含むからである。回転板は間隙部に一部が挿入した形になっており、ガラス板の端縁からの挿入深さは約3mmであった。回転方向は、第14図に示すごとく、ガラスパネルの平面視方向において時計回りであり、進行方向は、第14図中の矢印の方向とした。回転板の回転数は毎分2000回転であった。

この方法でハンダを供給しながら、このハンダ供給装置を周縁部に沿って移動させ、ガラス板対向面の周縁部の全面にハンダ充填部を形成した。その後、常温まで冷却し、ハンダによって間隙部の外周縁を封止密閉した。ハンダは両ガラス板の間隙部に充填した形態となっており、その間隙部の封止幅は端縁から約3mmの範囲であった。なお、これらの作業はすべて大気中で行った。

このガラスパネルにつき、実施例1と同様のリーク試験・熱貫流率の測定・鉛 溶出試験・酸素含有量の測定を行った結果、実施例1と同様の結果が得られた。 (実施例16)

本実施例においても、実施例14および実施例15と同様のガラスパネルの形状・金属材料・ガラス板の加熱条件を用いた。

両ガラス板の周縁部の封止方法を第15図に模式的に示した。すなわち、加熱されたガラス板の間隙部に対して、ハンダ溶解槽で溶解されたハンダをガイドが設けられたパイプによって供給し、両ガラス板の間隙部に充填した。このとき、刺激伝達物である回転棒により両ガラス板の間隙部に充填されたハンダとガラス界面を物理的に更新することによりガラス板同士を接合した。回転棒には径0.15mmの金属製の棒を用いた。ハンダ溶解槽とガイドおよびその機能は実施例14に示したものと同様である。回転棒によりハンダは強制的に流動させられるが、ガイドのすぐあとを回転棒が追跡する形態により、ハンダが雰囲気と接して酸化物を含む部分は間隙部に導入されないようにした。回転棒は間隙部に一部が挿入した形になっており、ガラス板の端縁からの挿入深さは約5mmとした。この方法でハンダを供給しながら、このハンダ供給装置を周縁部に沿って移動させ、ガラス板対向面の周縁部の全面にハンダ充填部を形成した。その後、常温まで冷

20

却し、ハンダによって間隙部の外周縁を封止密閉した。ハンダは両ガラス板の間隙部に充填した形態となっており、その間隙部の封止幅は端縁から約5mmの範囲であった。なお、これらの作業はすべて大気中で行った。供給したハンダは、ハンダ溶解槽において雰囲気に接していない部分のものであり、酸化物を含まないものである。

このガラスパネルにつき、実施例1と同様のリーク試験・熱貫流率の測定・鉛 溶出試験・酸素含有量の測定を行った結果、実施例1と同様の結果が得られた。 (比較例1)

ハンダ組成として、Pb91.0%、Sn5.0%、Zn3.0%、Sb1.10 0%のものを用い、その他は実施例1と同様にしてガラスパネルを作製した。ただし、ガラス板の予熱温度は200℃とした。

へリウムリークディテクターでリークを調べた結果、リーク量は1×10¹¹(Pa・m³/s)以下であり、ガラスパネルの周縁部の気密性は極めて高かったが、実施例1と同様に鉛溶出試験を行ったところ、接合箇所でハンダが露出している部分の単位面積当たりの鉛の溶出量は

 $0.4 \,\mathrm{mg/cm^{1}}$ であり、鉛がかなり溶出していることがわかった。 (比較例 2)

3 mm厚のフロートガラス板を $3 0 0 \text{ mm} \times 3 0 0 \text{ mm}$ 角の大きさに2 枚切断した。1 枚のガラス板には、中心部に直径 2.0 mmの貫通穴を設けた。これら2 枚のガラス板を洗浄し、乾燥した。

そして、これら 2 枚のガラス板につき、各々片面の周縁部の全周に亘って、ガラス板の端縁から 1 0 mm幅になるように、一般的な方法にて無電解ニッケルメッキを夫々厚さ 0 . 2 μ mに施した。次いで、一方のガラス板の前記ニッケルメッキ上に、幅 1 0 mm、厚さ 0 . 1 mmの

- 25 Pb91.0%、Sn5.0%、Zn3.0%、Sb1.0%の組成からなるハンダ箔を載置した。さらに、このガラス板の面上に、高さ
 - 0.05 mm、直径0.5 mmの複数のスペーサーを20 mm間隔に配置した。 貫通穴を形成してある他方のガラス板を、両ガラス板の中心位置を一致させた 状態で、且つ、ニッケルメッキを施したガラス板の面を対向させた状態に一方の

ガラス板上に載置して、ガラス板同士を上下に重ね合わせた。

これら両ガラス板をグラファイト板に載置し、350℃に保持した電気炉に15分間入れてハンダ箔を溶解し、ガラス板の対向面のうち周縁部の全周を接着した。その後、常温に戻すことによって、ニッケルメッキとハンダ箔によって間隙部の外周部が封止されたガラスパネルが作製された。

このガラスパネルについて、直径 2.0 mmの貫通穴から前記間隙部の空気を吸引排気し、ヘリウムリークディテクターでリークを調べた結果、リーク量は 1×10^{-1} ($Pa \cdot m^3/s$) 以上であり、ガラスパネルの周縁部の気密性は不十分であった。また、実施例 1 と同様に鉛溶出試験をした結果、接合箇所でハンダが露出している部分の単位面積当たりの鉛の溶出量は $0.4 \, mg/c \, m^3$ であり、鉛がかなり溶出していることがわかった。

(比較例3)

10

20

25

4

3 mm厚のフロートガラス板を300mm×300mm角の大きさに2枚切断 した。1枚のガラス板には、中心部に直径2.0mmの貫通穴を設けた。これら 2枚のガラス板を洗浄し、乾燥した。

そして、これら2枚のガラス板につき各々片面の周縁部の全周に亘って、ガラス板の端縁部分から10mm幅になるように、Pb91.0%、Sn5.0%、Zn3.0%、Sb1.0%の組成からなるハンダのベーストを塗布した。この後、350℃で焼成することによりガラス板上に、厚さ0.15mmのハンダ層を形成した。さらに、このガラス板の面上に、高さ0.2mm、直径0.5mmの複数のスペーサーを

20mm間隔に配置した。

貫通穴を形成してある他方のガラス板を、両ガラス板の中心位置を一致させた 状態で、且つ、ハンダ層を形成したガラス板の面を対向させた状態に一方のガラス板上に載置して、ガラス板同士を上下に重ね合わせた。

これら両ガラス板をグラファイト板に載置し、350℃に保持した電気炉に1 5分間入れてハンダ層を溶解し、ガラス板の対向面のうち周縁部の全周を接着した。その後、常温に戻すことによって、溶着したハンダ層によって間隙部の外周部が封止されたガラスパネルが作製された。 このガラスパネルについて、リーク試験・鉛溶出試験を行った結果、比較例 2 と同様の結果が得られた。

表 3

成分	実施例11	比較例 1-3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
S n	91.0	5	1 1	2 0	48
Z n	9	3	3	3	3
Рb	0	9 1	8 5	7 6	4.8
Sb	0	1	1 1	1	1
合計	100	1 0 0	1 0 0	1 0 0	100
TL(°C)	3 8 0	297	2 8 .6	2 6 6	2 1 0

5

(比較例4~6)

表 3 に示す組成のハンダを用いて、実施例 1 と同様にガラスパネルを作製した。ただし、ガラス板の予熱温度は比較例 4 とおよび比較例 5 は 2 0 0 \mathbb{C} 、比較例 6 は 1 5 0 \mathbb{C} とした。これらのハンダの組成は本発明の請求項の範囲外である。

10 作製されたこれらのガラスパネルについて、リーク試験を行った結果、比較例 2 と同様の結果が得られた。特に、リークの大きい部位についてガラス板を観察 したところ、ハンダの部分的な剥離があることがわかった。

また、実施例1と同様に鉛溶出試験をした結果、比較例2と同様の結果が得られた。

15

産業上の利用可能性

本発明のガラスパネルおよび当該ガラスパネルの製造方法は、例えば、建築用・乗物用(自動車の窓ガラス、鉄道車両の窓ガラス、船舶の窓ガラス)・機器要素用 (プラズマディスプレイの表面ガラスや、冷蔵庫の開閉扉や壁部、保温装置の開閉扉や壁部)等に用いることが可能である。

本発明で使用されるガラス板は、その組成は特に限定されるものではなく、通常の窓ガラスに使用されるソーダ石灰系シリカガラスや、ホウ珪酸ガラス、アルミノシリケートガラス、結晶化ガラス等、いずれのものでも適用可能である。

10

請求の範囲

- 1. 一対のガラス板 (1A), (1B) を間隙部 (V) を介して対向配置するとともに、前記両ガラス板 (1A), (1B) の周縁部を単一の金属材料 (3) で直接接合して前記間隙部 (V) を気密に封止してあることを特徴とするガラスパネル (P)。
 - 2. 前記金属材料(3)中の鉛の含有量が重量%で表示して0.1%未満である請求項1に記載のガラスパネル(P)。
- 3. 前記金属材料(3)の液相線温度をTL(℃)、前記ガラス板(1A),(1B)の歪点をTS(℃)で表したとき、100≦TL≦(TS-100)である請求項1または2に記載のガラスパネ
 - ル (P)。
- 4. 前記金属材料(3)が、Sn、Zn、A1、SiおよびTiのうち2種以上の成分を含有する請求項1から3のいずれかに記載のガラスパネル(P)。
- 15 5. 前記金属材料(3)が、O(酸素)を含有し、その含有量が重量%で表示して0.0001~1.5%の範囲である請求項1から4のいずれかに記載のガラスパネル(P)。
 - 6. 前記一対のガラス板 (1A), (1B) の各々の大きさが異なり、周縁部に おいて1~10mmの幅で一方のガラス板 (1A) の端縁
- 20 (5A)が他方のガラス板(1B)の端縁(5B)を越えて突出するよう対向 配置されており、前記金属材料(3)が突出部分から間隙部(V)に向かって 充填されている請求項1から5のいずれかに記載のガラスパネル(P)。
 - 7. 前記間隙部 (V) を減圧状態に密閉してある請求項 1 から 6 のいずれかに 記載のガラスパネル (P)。
- 25 8. 一対のガラス板 (1A), (1B) 間にスペーサー (2) を配設して間隙部 (V)を形成し、溶融した単一の金属材料 (3)を前記両ガラス板 (1A), (1B) の周縁部に充填して前記ガラス板 (1A),
 - (1B)と前記金属材料(3)とを直接接合し、前記間隙部(V)を気密に封止することを特徴とするガラスパネル(P)の製造方法。

10

- 9. 前記一対のガラス板(1A),(1B)を前記金属材料(3)の液相線温度未満に加熱して保持し、溶融した金属材料(3)は前記両ガラス板(1A),(1B)の間隙部(V)に充填される前に、溶融状態で雰囲気に接触する部分と接触しない部分を有し、雰囲気に接触しなかった部分のみを前記間隙部(V)に充填させ、雰囲気と接した部分は前記間隙部(V)に入らないようにしながら供給し、前記両ガラス板(1A),(1B)の周縁部の間隙に充填することを特徴とする請求項8に記載のガラスパネル(P)の製造方法。
- 10. 前記両ガラス板 (1A), (1B) の間隙部 (V) に溶融した金属材料 (3) を供給する方法において、前記溶融した金属材料 (3) を前記間隙部 (V) に導くガイド (12) が設置され、間隙部 (V) に少なくとも一部分が挿入されている請求項8または9のいずれかに記載のガラスパネル (P) の製造方法。
- 11. 前記ガイド (12) の形状が板状または棒状である請求項10に記載のガラスパネル (P) の製造方法。
- 12.前記間隙部(V)において、前記溶融した金属材料(3)と前記ガラス板(1A),(1B)表面との界面を物理的に刺激し直接接合を促進する刺激伝達物が設置され、間隙部(V)に少なくとも一部分が挿入されている請求項8から11のいずれかに記載のガラスパネル(P)の製造方法。
 - 13. 前記刺激伝達物の形状が板状または棒状である請求項12に記載のガラスパネル(P)の製造方法。
- 20 14. 前記直接接合を促進する物理的刺激が、刺激伝達物を機械的に動かすことによるものであり、その機械的な動きが回転、振動の少なくともいずれか一方からなる請求項12または13に記載のガラスパネル(P)の製造方法。
 - 15. 前記刺激伝達物の表面に凹凸が形成されている請求項12から
 - 14のいずれかに記載のガラスパネル (P)の製造方法。
- 25 16. 前記ガイド (12) または/および刺激伝達物を間隙に沿って動かす請求項10から15のいずれかに記載のガラスパネル (P) の製造方法。
 - 17. 前記ガイド(12) と刺激伝達物の少なくとも一方が金属材料(3)からなる請求項10から16のいずれかに記載のガラスパネル(P)の製造方法。
 - 18. 前記ガイド(12) と刺激伝達物が同一のものであり、両者の機能を兼ね

備えている請求項11から17のいずれかに記載のガラスパネル (P)の製造方法。

- 19. 前記一対のガラス板 (1A), (1B) の各々の大きさが異なり、周縁部において1ないし10mmの幅で一方のガラス板 (1A) の端縁 (5A) が他方のガラス板 (1B) の端縁 (5B) を越えて突出するよう対向配置し、前記金属材料 (3) を一方のガラス板 (1A) の突出部分から間隙部 (V) に向かって毛細管現象により浸透させ充填する請求項8または9に記載のガラスパネル (P) の製造方法。
- 20. 前記一対のガラス板 (1A), (1B) を前記金属材料 (3) の液相線温度 未満に加熱して保持し、溶融した金属材料 (3) とガラス板 (1A), (1B) の少なくとも一方に振動を印加し前記両ガラス板 (1A), (1B) の周縁部の間隙に毛細管現象により浸透させて充填する請求項8、9または19に記載のガラスパネル (P) の製造方法。
- 2 1. 前記振動を印加し金属材料(3)を毛細管現象により前記間隙部(V)に 浸透させる方法において、振動が振動数の異なる2種以上の振動からなり、そ のいずれか一方あるいは両方が、金属材料(3)とガラス板(1A),(1B) の少なくとも一方に印加されている請求項20に記載のガラスパネル(P)の 製造方法。
- 2 2. 前記印加する2種以上の振動が、各々1Hz~10kHzの範囲の低周波
 振動、15~100kHzの範囲の超音波振動のいずれかである請求項21に 記載のガラスパネル(P)の製造方法。
 - 23. 前記金属材料(3)中の鉛の含有量が重量%で表示して0.1%未満である請求項8から22のいずれかに記載のガラスパネル(P)の製造方法。
- 2 4. 前記金属材料 (3) の液相線温度をTL (℃)、前記ガラス板 (1A), (1B) の歪点をTS (℃) で表したとき、
 - $100 \le TL \le (TS-100)$ である請求項8から23のいずれかに記載のガラスパネル (P) の製造方法。
 - 25. 前記金属材料(3)が、Sn、Zn、Al、SiおよびTiのうち2種以上の成分を含有する請求項8から24のいずれかに記載のガラスパネル(P)

の製造方法。

- 2 6. 前記金属材料 (3) が、O (酸素)を含有し、その含有量が重量%で表示して0.0001~1.5%の範囲である請求項8から25のいずれかに記載のガラスパネル (P) の製造方法。
- 5 27. 前記間隙部 (V) を減圧状態に密閉してある請求項 8 から 2 6 のいずれかに記載のガラスパネル (P) の製造方法。

10

15

20

25

1/7

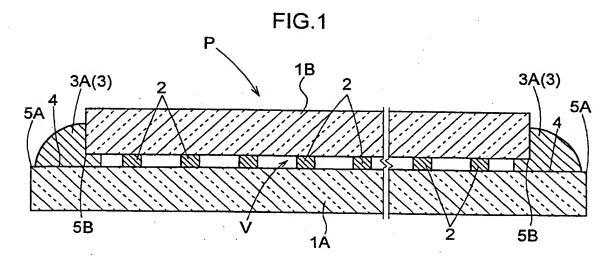


FIG.2

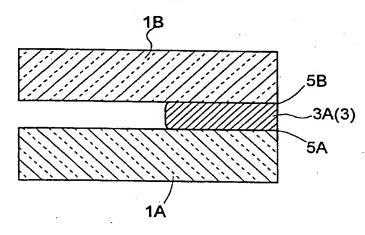
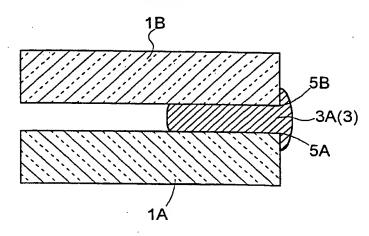


FIG.3







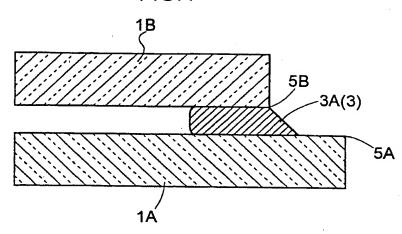


FIG.5

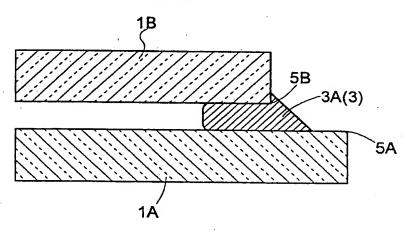
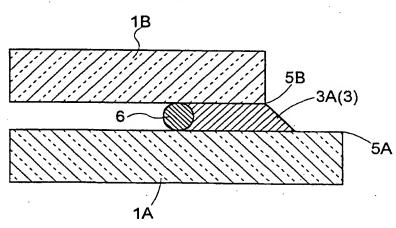
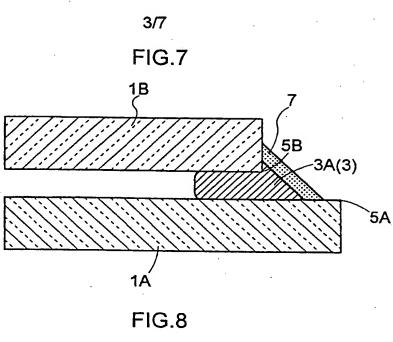
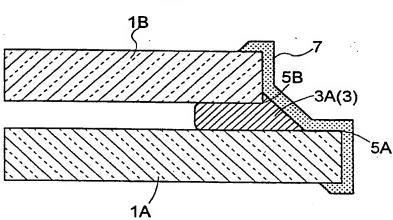
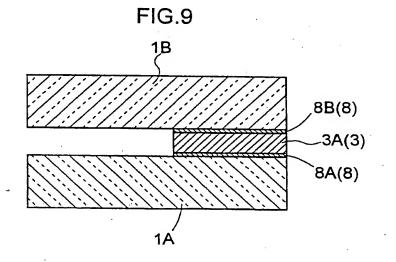


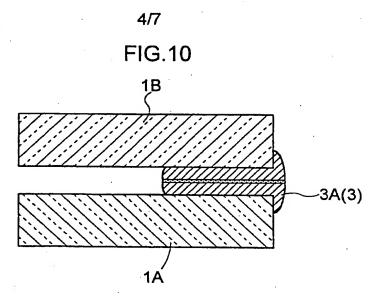
FIG.6











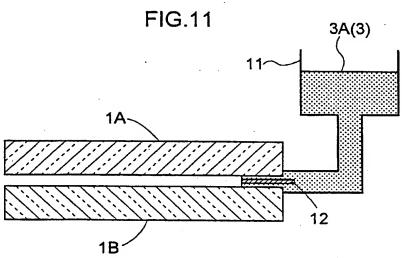
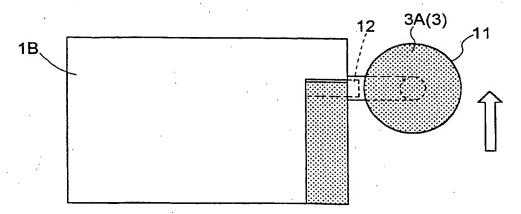


FIG.12



5/7

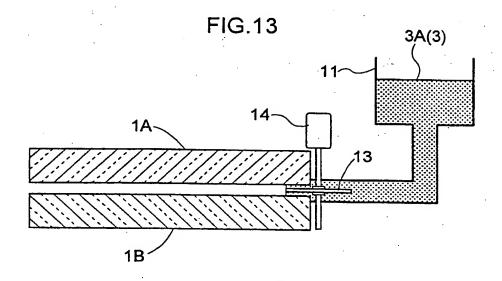
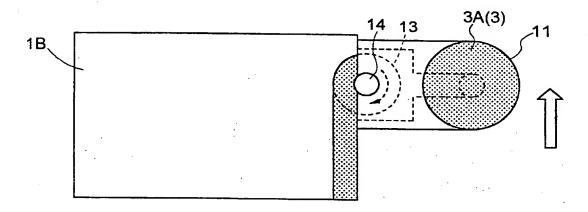


FIG.14



6/7

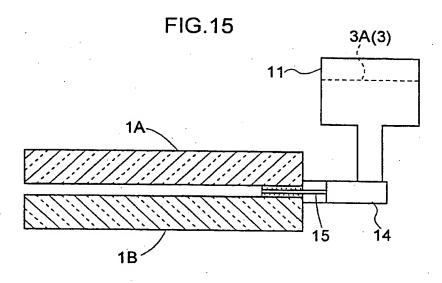
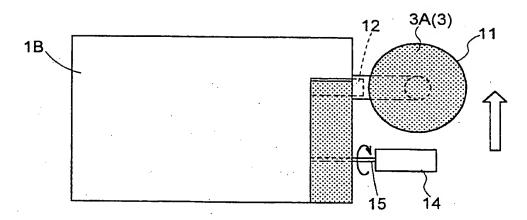
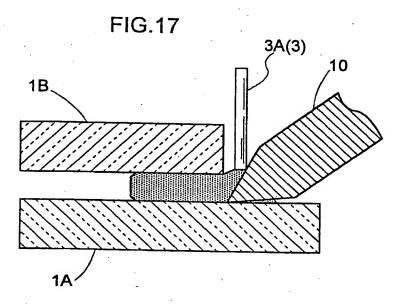
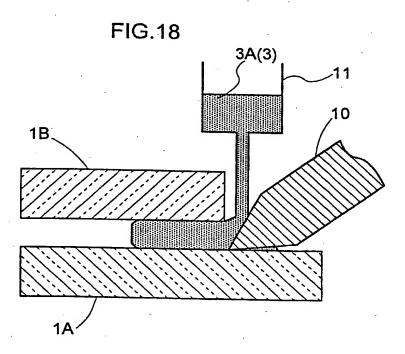


FIG.16







INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/01752

A CY			0100/01/52	
A. CLA	SSIFICATION OF SUBJECT MATTER C03C27/06, C03C27/08, G0	99F9/30	·	
According	to International Patent Classification (IPC) or to both	n national classification and IPC		
D. PIEL	DS SEARCHED			
Minimum	documentation searched (classification system follow	ed by classification symbols)		
Int	C17 C03C27/06, C03C27/08, E0	6B3/66		
	·	·		
Dogument				
Ji t	ation searched other than minimum documentation to Suyo Shinan Koho 1922-1996	the extent that such documents are include	ed in the fields searched	
Kok	ai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku	Koho 1994-2000 Koho 1996-2000	
Licentific	data base consulted during the international search (n	ame of data base and, where practicable, s	earch terms used)	
	·			
0 5000				
C. DOCL	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category*	Citation of document, with indication, where	appropriate, of the relevant passages	n.	
Y	LEP, 8310/3, Al (NIPPON SHEET)	GLASS CO LTD)	Relevant to claim No.	
•	123 March, 1998 (25.03.98)	co., BIB.,,	1,4,6-8, 10-20,25,27	
	FIG. 1, page 3; lines 25 to 40		10-20,25,27	
	& JP, 09-268035, A Fig. 1; Par. Nos. [0011] to [0			
	& WO, 97/36838, A1 & NO, 970	1012] E563 D		
	∝ CN , 1134631 , A & TW 343	א מעכ		
] & EP, 831073, B1 & US, 598	9659, A		
	& KR, 99022289, A			
Y	JP, 43-020098, B1 (Asahi Glass 29 August, 1968 (29.08.68), page 1, left column, lines 18 34 to right column, line 7; righ Claim 1 (Family: none)	to 27. 1-6.	1,4,6-8, 10-20,25,27	
EX	JP, 2000-159552, A (Nippon Sheet 13 June, 2000 (13.06.00), Claims 1, 3; Par. Nos. [0018], (Family: none)		1,4,7-8, 25,27	
EX	JP. 2000-119046 A (Nimmer C)			
Further	JP, 2000-119046, A (Nippon Sheet documents are listed in the continuation of Box C.		1-2,4,6-8,	
	categories of cited documents:	See patent family annex.		
A" documer consider	nt defining the general state of the art which is not ed to be of particular relevance ocument but published on or after the international filing	"T" later document published after the inte priority date and not in conflict with the understand the principle or theory und document of particular relevance; the	erlying the invention	
L" documer	nt which may throw doubts on priority claim(s) or which is	considered novel or cannot be considered step when the document is taken alone	red to involve on investing	
special n	establish the publication date of another citation or other eason (as specified)	I document of particular relevance: the	laimed invention	
J Godilment referring to an erol disalarment of the constitution to the property of the constitution of th		When the document:		
P" documen	" document published price to the interest of the combination being obvious to a person skilled in the combination skilled in the combination of the combination skilled in the			
than the priority date claimed decument member of the same patent family				
ate of the ac	ate of the actual completion of the international search 27 June, 2000 (27,06,00) Date of mailing of the international search report			
ال / 2	ne, 2000 (27.06.00)	04 July, 2000 (04.07	.00)	
ame and ma	iling address of the ISA/	Authorized officer		
oapai	ese Patent Office			
acsimile No.		Telephone No.		
m PCT/IS	A/210 (second sheet) (July 1992)		· .	
	(2000Ma,3M00) (July 1332)			

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/01752

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passa	ges	Relevant to claim No.	
	25 April, 2000 (25.04.00).		10-20,23,25,2°	
-	Claims 1 to 4, 8 to 10; Par. Nos. [0002] to [0004] [0007] to [0010], [0027] to [0031], [0034] to [004] Figs. 1 to 3 (Family: none)	1], 11];	10-20,23,23,2	
PA	JP, 11-268934, A (Asahi Glass Co., Ltd.), 05 October, 1999 (05.10.99), Par. Nos. [0012] to [0020],[0025] to [0033],[(Family: none)	0037]	1,7-8,10-11, 16-17,27	
			•	
			·	
			·	
	THE			
1				
ĺ				
*				
	·			
			÷	
			•	

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類 (IPC))		
Int.Cl' C03C27/06, C03C27/08,	G09F9/30	
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))	·	
Int.Cl' C03C27/06, C03C27/08,	E06B3/66	
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2000年 日本国登録実用新案公報 1994-2000年 日本国実用新案登録公報 1996-2000年		
国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称	、調査に使用した用語)	
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連する	トキリ この間本ナスはこのサー	関連する
Y EP, 831073, A1 (NIPPON 25.3月.1998 (25.03 FIG.1,第3頁,第25-40 & JP, 09-268035, A, 図1, 【0011】-【0012】 & WO, 97/36838, A1 & CN, 1194631, A & EP, 831073, B1 & KR, 99022289, A	SHEET GLASS CO.,LTD.) . 98), 行 段落 &NO, 9705562, B &TW, 343249, A &US, 5989659, A	請求の範囲の番号 1, 4, 6-8, 10-20, 25, 27
区」	□ パテントファミリーに関する別:	紙を参照。
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献(理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表さて出願と矛盾するものではなく、論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当の新規性又は進歩性がないと考え 「Y」特に関連のある文献であって、当上の文献との、当業者にとって自よって進歩性がないと考えられる「&」同一パテントファミリー文献	発明の原理又は理 該文献のみで発明 られるもの 該文献と他の1以 明である組合せに
国際調査を完了した日 27.06.00	国際調査報告の発送日 0 4.07	.00
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 高崎 久子 印 電話番号 03-3581-1101	4G 9635) 內線 3416

様式PCT/ISA/210 (第2ページ) (1998年7月)

C(続き).	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 43-020098, B1 (旭硝子株式会社), 29.8月.1968(29.08.68), 第1頁,左欄,第18-27行,左欄,第34行-右欄,第7行, 右欄,第18-23行,請求項1(ファミリーなし)	1, 4, 6-8, 10-20, 25, 27
EX	JP, 2000-159552, A (日本板硝子株式会社), 13.6月.2000 (13.06.00), 請求項1,請求項3,【0018】段落, 【0020】-【0022】段落,図2 (ファミリーなし)	1, 4, 7-8, 25, 27
EX	JP, 2000-119046, A (日本板硝子株式会社), 25. 4月. 2000 (25. 04. 00), 請求項1-4, 請求項8-10, 【0002】-【0004】 段落, 【0007】-【0010】段落, 【0027】- 【0031】段落, 【0034】-【0041】段落, 図1-3 (ファミリーなし)	$ \begin{array}{ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
PA	JP, 11-268934, A (旭硝子株式会社), 05.10月.1999 (05.10.99), 【0012】-【0020】段落, 【0025】-【0033】 段落, 【0037】段落 (ファミリーなし)	1, 7-8, 10-11, 16-17, 27
	· v	
		, ,
	· 	

様式PCT/ISA/210 (第2ページの続き) (1998年7月)